

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-226627  
(P2003-226627A)

(43)公開日 平成15年8月12日(2003.8.12)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

A 6 1 K 7/18

識別記号

F I

A 6 1 K 7/18

キーワード(参考)

4 C 0 8 3

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全4頁)

(21)出願番号 特願2002-25195(P2002-25195)

(22)出願日 平成14年2月1日(2002.2.1)

(71)出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県周南市開成町4560番地

(71)出願人 301005614

東ソー・ファインケム株式会社

山口県新南陽市開成町4555番地

(72)発明者 隈 公貴

山口県新南陽市清水二丁目16番37号

(72)発明者 安沢 一夫

山口県新南陽市温田二丁目9-4

Fターム(参考) 4C083 AB281 AB282 AB291 AB292

AB471 AC122 CC41 EE01

(54)【発明の名称】 歯磨用組成物

(57)【要約】

【課題】 歯磨用組成物のフッ素源に用いられるモノフルオロリン酸塩の安定化ができ、その効果を持続させることができるリン酸水素カルシウムを含む歯磨用組成剤を提供する。

【解決手段】 フルオロリン酸塩、リン酸水素カルシウム、可溶性リン酸塩(カルシウム塩を除く)およびリン酸マグネシウム系化合物を含んでなり、可溶性リン酸塩およびリン酸マグネシウム系化合物の含有量が、リン酸水素カルシウム100重量部に対してそれぞれ0.5〜5重量部である歯磨用組成物であり、フッ素安定性のよい歯磨用組成物を提供する。

リン酸アンモニウム等を挙げることができる。

【0015】更に、これらの複塩としては、リン酸水素アンモニウムナトリウム、リン酸水素アンモニウムカリウム、リン酸水素ナトリウムカリウム等をあげることができる。これらの塩は、単独或いは組み合わせで可溶性リン酸塩として用いることができる。

【0016】これらの可溶性リン酸塩のうち、特にリン酸水素カリウム、リン酸水素アンモニウム、リン酸水素ナトリウム及びそれらの混合物または複合塩が好ましい。

【0017】可溶性リン酸塩の添加量は、フッ素化合物の十分な安定化を図るため、また、経済的な観点からリン酸水素カルシウム100重量部に対し、0.1〜5重量部、好ましくは、0.3〜4重量部である。

【0018】本発明に用いるリン酸マグネシウム系化合物としては、無水物または水和物のいずれも用いることができ、そのような例として、リン酸トリマグネシウム・4水和物、リン酸トリマグネシウム・8水和物等のリン酸トリマグネシウム、リン酸水素マグネシウム・3水和物、リン酸水素マグネシウム・8水和物等のリン酸水素マグネシウムを挙げることができる。これらのマグネシウム化合物は単独あるいは2種以上の混合して用いることもできる。本発明に用いるリン酸マグネシウム系化合物としては、リン酸トリマグネシウム・8水和物を用いるのが最も好ましい。

【0019】リン酸マグネシウム系化合物は、リン酸水素カルシウム・2水和物と組み合わせると特に効果がある。リン酸マグネシウム系化合物の配合量は、リン酸水素カルシウムおよびフッ素化合物の十分な安定化を図るために、通常リン酸水素カルシウム100重量部に対し、0.1から5重量部である。

【0020】本発明に用いるフッ素化合物は、モノフルオロリン酸塩であり、例えばモノフルオロリン酸ナトリウム、モノフルオロリン酸カリウム等を挙げることができる。好ましくは、モノフルオロリン酸ナトリウムである。

【0021】本発明の組成物を構成するリン酸水素カルシウムは、既知の方法によって製造することができる。例えば、炭酸カルシウム、酸化カルシウム、水酸化カルシウム及びこれらの混合物（消石灰、生石灰等）のような塩基性カルシウム塩を含む溶液をリン酸水溶液に加えてリン酸水素カルシウムを沈殿させ、ろ別、乾燥を行い製造することができる。

【0022】本発明の歯磨用組成物は、種々の製造方法にて調製できるが、例えば、まず最初に、リン酸水素カルシウムに可溶性リン酸塩およびリン酸マグネシウム系化合物を添加混合する。基剤としてリン酸水素カルシウム・2水和物を用いる場合には、リン酸マグネシウム系化合物を調製後直ちに、リン酸水素カルシウム・2水和物に添加混合することが特に好ましい。

【0023】リン酸マグネシウム系化合物の添加・混合方法には特に制限はなく、乾式及び湿式混合法を用いることができる。通常は、乾燥したリン酸水素カルシウム・2水和物とV型ブレンダー、ラインミキサー等により均一混合される。

【0024】可溶性リン酸塩の添加・混合方法にも特に制限はなく、リン酸水素カルシウム製造時、練歯磨等の口腔用組成物調整時等に添加混合して使用することもできる。

【0025】好ましい実施形態としては、例えば、リン酸水素カルシウム、可溶性リン酸塩およびリン酸マグネシウム系化合物をジルコニアボール、ウレタン樹脂ボール等を用いたボールミル混合または振動ミル混合、V型ブレンダーやらいかい機等によって数分から数十時間程度の乾式混合で製造、または、ラインミキサーを用いる混合方法等を挙げることができる。

【0026】このようにして得られた混合物に、その他の歯科用研磨剤とを更に混合してもよい。そのような歯科用研磨剤としては、例えば炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、不溶性メタリン酸塩、シリカゲル、水酸化アルミ、アルミナ、チョーク等を挙げることができる。

【0027】上述のようにして得られた混合物を最終的に歯磨用組成物とするべく、フッ素化合物としてのモノフルオロリン酸塩およびその他の練歯磨／歯磨き粉の調製時に使用されている成分を添加する。

【0028】添加可能な成分としては、例えば、サッカリン、ステビオサイド等の甘味剤、ソルビトール、グリセリン、マルチトール等のような潤滑剤、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム、カラギーナン等の粘結剤、ラウリル酸ナトリウム、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤等の発泡剤、塩酸、クエン酸、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等のpH調整剤あるいは保存安定剤、メントール、ペパーミント、リモネン等の香料、クロロヘキシジン、トリクロサン等の抗菌剤等を挙げることができる。

【0029】

【発明の効果】本発明の歯磨用組成物を用いることにより、リン酸水素カルシウムを基剤とし、フッ素化合物としてフルオロリン酸塩を用いた場合に、従来からの問題点であった保存期間中の可溶性フッ素の著しい減少を抑制することが可能となった。

【0030】

【実施例】以下実施例により本発明をより詳細に述べるが、本発明は、以下の実施例に制限されるものではない。

【0031】（実施例1）リン酸トリマグネシウム・8水和物を2重量%を含むリン酸水素カルシウム・2水和物（東ソー・ファインケム製）98.8重量部とリン酸水素カリウム1.2重量部をV型混合機に仕込み、2時間

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-226627

(43)Date of publication of application : 12.08.2003

---

(51)Int.Cl.

A61K 7/18

---

(21)Application number : 2002-025195

(71)Applicant : TOSOH CORP  
TOSOH FINECHEM CORP

(22)Date of filing : 01.02.2002

(72)Inventor : KUMA KIMITAKA  
YASUZAWA KAZUO

---

## (54) COMPOSITION FOR DENTIFRICE

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition for dentifrice containing calcium hydrogenphosphate, in which monofluorophosphate used as a fluorine source of the composition for the dentifrice is stabilized and its effect is sustained.

SOLUTION: The composition for the dentifrice comprises a fluorophosphates, calcium hydrogenphosphate, a soluble phosphate (except calcium salt) and a magnesium phosphate compound in which the contents of the soluble phosphate and the magnesium phosphate compound are 0.5-5 parts wt. based on 100 parts wt. of calcium hydrogenphosphate. The composition for dentifrice has excellent fluorine stability.

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]A mono- fluorophosphoric acid salt, calcium hydrogen phosphate, a soluble phosphate (except for calcium salt), and a magnesium phosphate system compound are included, A constituent for toothbrushing whose content of a soluble phosphate and a magnesium phosphate system compound is 0.5 to 5 weight section to calcium-hydrogen-phosphate 100 weight section, respectively.

[Claim 2]The constituent for toothbrushing according to claim 1 whose soluble phosphate is a hydrogen phosphate salt (except for calcium salt), or an phosphate.

[Claim 3]The constituent for toothbrushing according to claim 1 whose magnesium phosphate system compound is phosphoric acid trimming-machine GUNESHIUMU and 8 hydrate.

[Claim 4]The constituent for toothbrushing according to claim 1 whose calcium hydrogen phosphate is calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate or a calcium-hydrogen-phosphate anhydride.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the constituent for toothbrushing containing the calcium hydrogen phosphate which improved the stability of the fluorine compound. It is related with the constituent for toothbrushing using calcium hydrogen phosphate as a base in more detail, using a mono- fluorophosphoric acid salt as a fluorine compound.

[0002]

[Description of the Prior Art]Conventionally, the mixture of calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate, or calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate and a calcium-hydrogen-phosphate anhydride is widely used from hardness, particle shape, mouthfeel, etc. as a toothbrushing base. Fluorine compounds, such as sodium fluoride with the high prevention-of-tooth-decay effect and a mono- fluorophosphoric acid salt, are used for toothbrushing. When the fluorine ion in a fluorine compound and the calcium ion currently used for a base react and insoluble calcium fluoride generates in the constituent for toothbrushing, the useful amount of soluble fluoride falls and there is a problem of making cavity depressor effect declining.

[0003]For this reason, in toothbrushing which uses calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate as a base, the mono- fluorophosphoric acid salt which cannot generate insoluble calcium fluoride easily is usually used.

[0004]By however, the reaction of the decomposition product and calcium ion which originate in the mono- fluorophosphoric acid ingredient or it originating in a mono- fluorophosphoric acid salt even when a mono- fluorophosphoric acid salt is blended. There was a problem that insoluble calcium fluoride or fluoro apatite will generate.

[0005]How to blend sodium pyrophosphate or polyphosphate salt, for example in order to improve such a problem. (For example, JP,S58-35,163,B), the method (for example, JP,62-35,963,A, JP,H1-23,404,B) of carrying out phosphoric acid trimming-machine GUNESHIUMU combination, the method (for example, JP,H7-544,B) of blending a Tripoli zinc phosphate salt, etc. are known.

[0006]How (for example, JP,2001-278,760,A) to blend a soluble phosphate and phosphoric acid Tori magnesium salt with calcium hydrogen phosphate, using fluoride salt as a fluorine compound etc. are known.

[0007]However, further sufficient fluoride stability is demanded in the constituent for toothbrushing containing calcium hydrogen phosphate.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]This invention is made in view of an above-mentioned background and SUBJECT, and the purpose can perform stabilization of mono- fluorophosphoric acid, and there is in providing the presentation agent for toothbrushing containing the calcium hydrogen phosphate which can make the effect maintain.

[0009]

[Means for Solving the Problem]A fluorine compound in a constituent for toothbrushing which uses as a base calcium hydrogen phosphate, this invention persons, As a result of inquiring wholeheartedly about a method that especially stabilization of sodium monofluorophosphate can

calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate as a base, especially a thing promptly done for addition mixing after preparing a magnesium phosphate system compound at calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate is preferred.

[0023]There is no restriction in particular in addition and a mixing method of a magnesium phosphate system compound, and dry type and a wet-blending method can be used. Usually, it is mixed homogenously with calcium hydrogen phosphate and 2 dry hydrate by V type blender, a line mixer, etc.

[0024]There is no restriction in particular also in addition and a mixing method of a soluble phosphate, and it can also be used at the time of calcium-hydrogen-phosphate manufacture, carrying out addition mixing at the time of constituent adjustment for the mouths of tooth paste etc., etc.

[0025]As a desirable embodiment, calcium hydrogen phosphate, a soluble phosphate, and a magnesium phosphate system compound, for example A zirconia ball, It can be and ball mill mixing or vibration mill mixing and a V type blender using a urethane resin ball etc., manufacture or a mixing method using a line mixer in dry blending of about tens of hours, etc. can be mentioned from several minutes with a paddle machine etc.

[0026]Thus, into an obtained mixture, other abrasive soap for dentistry may be mixed further. As such abrasive soap for dentistry, calcium carbonate, calcium pyrophosphate, an insoluble metaphosphate, silica gel, hydroxylation aluminum, alumina, chalk, etc. can be mentioned, for example.

[0027]An ingredient currently used at the time of preparation of a mono- fluorophosphoric acid salt as a fluorine compound, and other tooth pastes / toothbrushing powder is added in order to use as a constituent for toothbrushing eventually a mixture produced by making it above.

[0028]As an ingredient which can be added, for example Sweetening agents, such as saccharin and stevioside, Lubricant, such as sorbitol, glycerin, and maltitol, hydroxyethyl cellulose, Binders, such as carboxymethylcellulose sodium and a carrageenan, Foaming agents, such as lauryl acid sodium, a nonionic surfactant, and an ampholytic surface active agent, Antimicrobial agents, such as perfume, such as pH adjusters, such as chloride, citrate, sodium hydroxide, and sodium bicarbonate, or preservation stabilizer, menthol, peppermint, and limonene, chloro HEKISHIJIN, and triclosan, etc. can be mentioned.

[0029]

[Effect of the Invention]When calcium hydrogen phosphate was used as a base and a fluorophosphoric acid salt was used as a fluorine compound by using the constituent for toothbrushing of this invention, it became possible to control a remarkable reduction of the soluble fluoride in the retention period which was a problem from the former.

[0030]

[Example]Although working example describes this invention to details more below, this invention is not restricted to the following working example.

[0031](Working example 1) The calcium hydrogen phosphate and 2 hydrate (product made from TOSOH FAINKEMU) 98.8 weight section and potassium-hydrogenphosphate 1.2 weight section which contain 2 % of the weight for phosphoric acid trimming-machine GUNESHIUMU and 8 monohydrate were taught to the V shaped rotary mixer, dry blending was carried out for 2 hours, and the toothbrushing base constituent was prepared.

[0032]2.1% of the weight of sodium-monofluorophosphate solution 91 weight section and glycerin 64 weight section were put into a 100-ml resin made container with a lid, and the solution containing 1000 ppm of fluorine ions was prepared.

[0033]in that solution, it prepared by the above-mentioned method -- toothbrushing base constituent 100 weight-section addition was carried out, and this container was put into a 50 \*\* thermostat, and was kept on the 30th.

[0034]Then, the sample was taken out to the centrifuge tube made of resin, and it applied to the centrifuge, and separated into a part for supernatant liquor and a solid. After having moved supernatant liquor to another plastic bottle, and adding the perchloric acid solution of 2 mol/l to the bottle and also adding water, it heated for 10 minutes at 80-90 \*\*. Then, after adding buffer solution and an ion regulator in accordance with a fluoride-ion-concentration measuring method,